

**METHOD OF FORMING IMAGE**

**Publication number:** JP2001117269

**Publication date:** 2001-04-27

**Inventor:** SHOJI TAKESHI; ISHIYAMA TAKAO; SERIZAWA  
MANABU; MAEHATA HIDEO; SATO SHUJI

**Applicant:** FUJI XEROX CO LTD

**Classification:**

**- international:** **G03G7/00; G03G9/087; G03G7/00; G03G9/087;** (IPC1-  
7): G03G9/087; G03G7/00

**- european:**

**Application number:** JP19990292167 19991014

**Priority number(s):** JP19990292167 19991014

**Report a data error here**

**Abstract of JP2001117269**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a method of forming an image by which an image having excellent smoothness, transparency, color mixing property and color developing property can be formed when an image is to be formed on a transparent transfer body, excellent peeling property of a nonfixing sheet and hot offset resistance are obtained and an image with high picture quality and reliability is obtained. **SOLUTION:** In the method of forming an image by developing and fixing an electrostatic latent image with a developer, the transparent transfer body used has a resin layer on its surface, and a toner containing at least a binder resin and a coloring agent is used as the developer. The crosslink density  $M_e$  of the toner obtained by temperature dispersion measurement in the dynamic viscoelasticity ranges  $1.6 \times 10^{-8}$  to  $3.5 \times 10^{-6}$ /kmol. The gloss degree  $G_s$  of a fixed surface when the image is molten and fixed on the transparent transfer body is  $\geq 80\%$ .

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide



(2)

1

2

【0005】 トナー粒子の形状が不定形であると、流動性助剤を添加しても流動性を十分に確保できず、使用中に受ける機械力で流動性助剤の微粒子がトナー粒子の凹部に移動してその内部に埋没し、経時的に流動性が低下したり、現像性、転写性、クリーニング性等が悪化したという問題がある。また、このようなトナーをクリーニング処理で回収して再び現像機に戻して再利用すると、画質の劣化を生じ易いという問題がある。これらの問題を防止するために、さらに流動性助剤の添加量を増加させることも考えられるが、感光体に黒点が発生したり、流動性助剤粒子が飛散するという問題が生ずる。

【0006】 一方、ワックスなどの離型剤を内添してなるトナーは、熱可塑性樹脂との組み合わせによっては、トナー粒子の表面に離型剤が露出することがある。特に高分子量成分により弾性が付与された、やや粉砕されにくい樹脂と、ポリエチレンのような脆いワックスとを組み合わせでなるトナーは、その表面にポリエチレンの露出が多く見られる。このようなトナーは、定着時の離型性や感光体上からの転写トナーのクリーニングには有利であるが、トナー粒子表面のポリエチレンは現像機内の刮断力等の機械力によってトナー粒子表面から脱離し、容易に現像ローラー、感光体、キャリア等に移行してこれらを汚染し、現像剤としての信頼性が低下するという問題がある。

【0007】 また、例えば特開平8-44111号公報や特開平8-286416号公報には懸濁重合法が提案されている。懸濁重合法は、重合性モノマーを着色剤や離型剤等と共に水系媒体中に分散して懸濁させ、重合性モノマーを重合させてトナー粒子を得る方法である。この懸濁重合法は、例えば、離型剤であるワックスをバインダー樹脂で被覆した多層構造のトナー粒子を得ることも可能である。

【0008】 しかし、この懸濁重合法は、懸濁状態において粒子を適当な大きさに調整する必要がある。そのためは、分散液を強くかつ高速に攪拌する必要がある。一般的には水のような粘度を持つ液体を均一に高速攪拌するのは極めて困難である。不均一な混合は離型剤を遊離するのを極めて困難である。不均一な混合は離型剤を遊離し、離型剤含有量の著しく少ない、又は全く含有しないトナーを多量に発生し、その結果トナー粒子間の組成偏在が大きくなり、トナーに要求される定着性、帯電性等の各種特性を十分に満足できないという問題がある。

【0009】 近年、粒子の形状や表面組成を意図的に制御できるトナーの製造方法として、乳化重合凝集融合法が提案されている。この乳化重合凝集融合法は、乳化重合により樹脂分散液を攪拌し、また、溶媒に着色剤を分散させた着色剤分散液、離型剤を分散した分散液を攪拌し、これらの分散液を混合してトナー粒徑に相当する凝集粒子を形成させた後、加熱して融合し、トナー粒子を得る方法である。この乳化重合凝集融合法は、加熱温度条件の選択により形状を任意に制御でき、帯電性、耐久

(2)

【特許請求の範囲】

【請求項1】 静電潜像保持体上に潜像を形成する工程、該潜像を現像剤で現像する工程、及び現像像を透明転写体上に定着する工程を含む画像形成方法において、前記透明転写体は表面に樹脂層を有し、前記現像剤は、少なくとも樹脂と着色剤を含有するトナーを用い、動的粘弾性における温度分散測定法で求めた画記トナーの架橋密度Meが $1.6 \times 10^{-8} \sim 3.5 \times 10^{-6} / \text{Kmol}$ であり、前記透明転写体上に溶融定着したときの定着表面の光沢度Gsが80%以上であることを特徴とする画像形成方法。

【請求項2】 前記定着がオイルレス定着であることを特徴とする請求項1記載の画像の形成方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、静電潜像現像用トナーを用い、電子写真法等により静電潜像を現像して画像を形成する方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 電子写真法等のように静電潜像を経て画像情報を可視化する方法は、現在各種の分野で広く利用されている。電子写真法は、帯電工程、露光工程等を経て感光体上に静電潜像を形成し、現像剤でこれを現像し、転写し、定着して帯電潜像を可視化するものである。

【0003】 ここで用いる現像剤は、トナーとキャリアを含有してなる二成分系現像剤と、磁性トナーや非磁性トナーを含有してなる一成分系現像剤とが知られている。トナーは、通常、溶融混練粉砕法により製造される。この混練粉砕法は、熱可塑性樹脂等を原料、帯電制御剤、ワックスなどの離型剤等と共に溶融混練し、冷却後溶融混練物を微粉砕し、分級して所望のトナー粒子を製造するものである。溶融混練粉砕法により製造されたトナーは、流動性やクリーニング性等を改善する目的でその表面に無機微粒子や有機微粒子を添加して使用される。

【0004】 溶融混練粉砕法により製造されるトナー粒子は、通常その形状が不定形であり、表面組成は均一でない。使用材料の粉砕性や粉砕条件等により、トナー粒子の形状や表面組成が微妙に変化するため、意図的にこれらを制御することは困難である。特に、粉砕性の高い材料を用いて溶融混練粉砕法で製造されたトナー粒子は、現像機内部で種々の断断力など機械力を受けて、さらに粉砕され微粉化されたり、その形状を変化させたりする。その結果、二成分系現像剤では、微粉化されたトナー粒子がキャリア表面に固着して、現像剤の帯電劣化を加速したり、また一成分系現像剤では、粒度分布が狭大し、微粉化されたトナー粒子が飛散したり、トナーの形状変化に伴って現像性が低下して画質を劣化させたりするという問題が生じた。

(19)日本国特許庁 (J P) (12) 公開特許公報 (A)

(11)特許公開番号  
特開2001-117269  
(P2001-117269A)

(43)公開日 平成13年4月27日(2001.4.27)

(51)Int.Cl. <sup>7</sup> G 0 3 G 7/00	F I G 0 3 G 7/00 9/08	3 2 1	A 2 H 0 0 5	チーホート(参考)
---	--------------------------------	-------	----------------	-----------

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 14 頁)

(21)出願番号	特願平11-292167	(71)出願人	000005496 富士ゼロックス株式会社
(22)出願日	平成11年10月14日(1999.10.14)	(72)発明者	富士ゼロックス株式会社 東京港区赤坂二丁目17番22号 庄子 毅 神奈川県横浜市青葉区 富士ゼロックス株式会社内 石山 孝雄 神奈川県横浜市青葉区 富士ゼロックス株式会社内 100072844 (74)代理人 弁理士 萩原 亮一 (外2名)

最終頁に続く

(54) [発明の名称] 画像形成方法

(57) 【要約】

【課題】 透明転写体上に画像を形成するときに、平滑性、透明性、染色性、染色性に優れた画像の形成を可能にし、非定着シートの特異性、耐HOT性（ホットオフセット性）にも優れ、高画質で信頼性の高い画像の形成方法を提供しようとするものである。

【解決手段】 静電潜像を現像剤で現像し、定着する画像形成方法において、透明転写体は表面に樹脂層を有し、現像剤は、少なくとも樹脂と着色剤を含有するトナーを用い、動的粘弾性における温度分散測定法で求めた画記トナーの架橋密度Meが $1.6 \times 10^{-8} \sim 3.5 \times 10^{-6} / \text{Kmol}$ であり、透明転写体上に溶融定着したときの定着表面の光沢度Gsが80%以上である画像形成方法である。



(5)

7

ペンタエチレングリコール、ジメタアクリル酸ペンタエチレングリコール、ジアクリル酸ペンタコンタヘクタ、ジマタアクリル酸ペンタコンタヘクタ、ジアクリル酸デカンジオール、ジメタアクリル酸デカンジオールなどが挙げられる。

【0028】本発明における架橋構造（縮み合い構造）は、正弦波振動法による動的粘弾性測定（温度分散測定）による貯蔵弾性率 $G'$ 、損失弾性率 $G''$ 、及び損失正接 $\tan \delta$ を測定して求める。具体的には、トナーを錠剤に成形し、8mm径のバラレルプレートにセットし、ノーマルフォースを0とした後に1rad/secの振動周波数で振動を与える。測定は40℃から開始し、20℃まで継続する。測定時間インターバルは1秒、測定開始後の昇温速度は1℃/分とする。測定中、各測定温度において、ひずみ量を適切に維持し、適正な測定値が得られるように適宜調整する。

【0029】ゴム状平坦域（プラトー域）が観察された場合は、その中心温度における貯蔵弾性率 $G'$ の値を用い、次式より見掛けの架橋密度を算出し、これを本発明の架橋密度 $M_e$ とした。

$$M_e = G' / 3 \phi RT$$

（式中、 $\phi$ ：フロントファクター、 $e$ ：架橋反応率、 $M$

$e$ ：見掛けの架橋密度、 $R$ ：気体定数、 $T$ ：温度、 $G'$

$e$ ：ゴム状域の貯蔵弾性率

【0030】一般に、トナー内部のバインダー樹脂の分子鎖の架橋（縮み合い）は、バインダー樹脂自体の幾何力の大さに影響する。即ち、架橋（縮み合い）の形成はバインダーの分子鎖自体の運動の自由度を拘束することは、バインダー樹脂自体の剛直性を増大させ、パイとから、バインダー樹脂自体の剛直性を増大させ、バインダー樹脂自体の溶融性を低下させる。この架橋（縮み合い）の増加は、定着時の耐ホットオフセット性は向上させるが、OHPシートなどにおける画像の光沢度を大幅に低下させる。

【0031】本発明で使用するトナーは、架橋密度が $1.6 \times 10^{-8} \sim 3.5 \times 10^{-6} / \text{Kmol}$ の範囲、好ましくは $2.0 \times 10^{-8} \sim 3.2 \times 10^{-6} / \text{Kmol}$ の範囲が適当であり、架橋密度が $1.6 \times 10^{-8} / \text{Kmol}$ を下回ると、実質的な架橋構造が形成されないのホットオフセット性が低下し、 $3.5 \times 10^{-6} / \text{Kmol}$ を超える、バインダー樹脂自体の分子鎖の運動性が阻害されるので、バインダー樹脂の溶融性が低下し、定着画像の平滑性、光沢性が悪化したり、OHPシートにおける透明性が低下する場合がある。

【0032】本発明で使用するトナーの着色剤としては、例えば、カーボンブラック、クロムイエロー、ハンザイエロー、ベンジンイエロー、スレンイエロー、キノリンイエロー、バーマントオレンジGTR、ピラゾロンオレンジ、バルマントオレンジ、ウオッチヤングレッド、バーマントレッド、ブリリアントカーミン3B、ブリリアントカーミン6B、フェボンオイルレッド、ビ

8

ラゾンレッド、リソールレッド、ローダミンブルーキ、レーキレッドC、ローズベンガル、アニリンブルー、ウルトラマリンブルー、カルコイルブルー、メチレンブルー、マラカイトグリーン、フタロシアニンブルー、フタロシアニン、マラカイトグリーン、オキササレン、シアニン、アクリン系、キサンチン系、アゾ系、ベンゾキノン系、アジン系、アントラキノ系、ジオキサジン系、チアジン系、アゾメチン系、インゴ系、チオインゴ系、フタロシアニン系、アニリンブラック系、ボリメチン系、トリフェニルメタン系、ジフェニルメタン系、チアゾール系、キサンチン系などの染料が挙げられる。これらの着色剤は単独で使用しても良いし、2種以上を併用しても良い。

【0033】前記着色剤粒子分散液中の着色剤粒子の平均粒径は、 $1.0 \mu\text{m}$ 以下、好ましくは $0.01 \sim 0.5 \mu\text{m}$ の範囲が適当である。平均粒径が $1.0 \mu\text{m}$ を超えると、トナーの粒度分布が広くなり過ぎ、遊離粒子が発生して性能や信頼性の低下を招き易くなる。平均粒径が前記範囲内にあると前記欠点がない上、トナー間の偏在が減少し、トナー中の分散が良好となり、性能や信頼性のパラツキが小さくなるので有利である。なお、前記平均粒径は、例えばレーザ回折式粒度分布測定機などを用いて測定することができる。トナー中の着色剤の平均粒径は $0.5 \mu\text{m}$ 以下、好ましくは $0.01 \sim 0.4 \mu\text{m}$ の範囲が適当である。この範囲を超えると、定着画像の発色性、色再現性、OHP透過性等に問題が生ずる。この平均粒径は例えば透過型電子顕微鏡（TEM）で測定することができる。

【0034】本発明で使用するトナーの難型剤は、バインダー樹脂との相溶性が乏しい方が好ましい。相溶性に富むと、難型剤によりバインダー樹脂が可塑化し易く、高温定着時にトナーの粘度が低下して、オフセットが生じ易くなったり、トナー表面に存在する樹脂粒子を可塑化してトナー表面のガラス転移点を低下させ、トナーの流動性を悪化させたりする。

【0035】難型剤としては、例えばポリエチレン、ポリプロピレン、ポリブテン等の低分子量ポリオレフィン類；加熱により軟化点を有するシリコン系；オレイン酸アミド、エルカ酸アミド、リジノール酸アミド、ステアリン酸アミド等の脂肪酸アミド類；カルナウワワックス、ライスワックス、キャンデリラワックス、木ロウ、ホバボ等の植物油系ワックス；ミツロウ等の動物系ワックス；モンテンワックス、オゾケライト、セレン、パラフィンワックス、マイクロクリスタリンワックス、フ

ィッシュヤートロブジュワックス等の鉱物・石油系ワックス；ステアリン酸ステアリン、ペヘン酸ペヘニル等の高級脂肪酸と高級アルコールとのエステルワックス類；ステアリン酸ブチル、オレイン酸プロピル、モノステアリン酸グリセリド、ジステアリン酸グリセリド、ペンタエリトリリステラテトラベネート等の高級脂肪酸と単価又

(6)

9

は多価低級アルコールとのエステルワックス類；ジェチレングリコールモノステアレート、ジプロピレングリコールジステアレート、ジステアリン酸ジグリセリド、テトラステアリン酸トリグリセリド等の高級脂肪酸と多価アルコール多量体とからなるエステルワックス類；ソルビタンモノステアレート等のソルビタン高級脂肪酸エステルワックス類；コレステロールステアレート等のコレステロール高級脂肪酸ステアリン酸ワックス類などが挙げられ、これらを単独で用いてもよいし、2種以上を併用して用いてもよい。

【0036】難型剤粒子分散液中の難型剤粒子の平均粒径は、 $1.0 \mu\text{m}$ 以下、好ましくは $0.01 \sim 1.0 \mu\text{m}$ の範囲が適当である。平均粒径が $1.0 \mu\text{m}$ を超えると、トナーの粒度分布が広くなり過ぎ、遊離粒子が発生して性能や信頼性の低下を招き易くなる。平均粒径が前記範囲内にあると前記欠点がない上、トナー間の偏在が減少し、トナー中における分散が良好になり、性能や信頼性のパラツキが小さくなるので有利である。なお、前記平均粒径は、例えばレーザ回折式粒度分布測定機や、遠心式粒度分布測定機などを用いて測定することができる。

【0037】なお、難型剤粒子は、水等の水系媒体中にイオン性界面活性剤、高分子塩基、高分子塩基等の高分子電解質と共に分散し、融点以上に加熱し、強い剪断力を印加可能なホモジナイザーや圧力吐出型分注機を用いて処理すると、容易に $1.0 \mu\text{m}$ 以下の微粒子に調整できる。トナーの樹脂粒子を構成するバインダー樹脂は、着色剤や難型剤との組み合わせに特な制限はなく、目的に応じて適宜自由に選択できる。

【0038】本発明のトナーは、目的に応じて樹脂粒子分散液、着色剤分散液、難型剤分散液及びそれらの混合分散液中に、内添剤、帯電制御剤、無機粉体、有機粉体、清剤、研磨材などの他の成分（粒子）を分散させることが可能である。前記内添剤としては、例えば、フエライト、マグネサイト、還元鉄、コバルト、マンガ、ニッケル等の金属、合金、又はこれら金属を含有する化合物などの磁性体などを使用することができ

る。

【0039】前記帯電制御剤としては、例えば、4級アミンモノ塩化化合物、ニグロシン系化合物、アルミニウム、鉄、クロムなどの錯体からなる染料、トリフェニルメタン系染料などが使用できる。なお、本発明における帯電制御剤としては、凝集時や、融合時の安定性に影響するイオン強度の制御と、廃水の汚染を抑制するために水に溶解し難い素材のものが好ましい。

【0040】前記無機粉体としては、例えば、シリカ、チタニア、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、リン酸、シリカ、炭化シリウム等の通常トナー表面の外添剤として使用される全ての粒子が使用できる。前記有機粉体としては、例えば、ビニル系樹脂、ポリエステル樹脂

10

脂、シリコーン樹脂等の通常トナー表面の外添剤として使用される全ての粒子が使用できる。なお、これらの無機粉体や有機粉体は、流動性助剤やクレーニング助剤等として使用することも可能である。

【0041】前記滑剤としては、例えば、エチレンビスステアリン酸アミド、オレイン酸アミド等の脂肪酸アミド、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸カルシウムなどの脂肪酸金属塩等が使用できる。前記研磨剤としては、例えば、前述のシリカ、アルミナ、炭化シリウムなどが挙げられる。

【0042】前記のその他の成分の平均粒径は、 $1.0 \mu\text{m}$ 以下、好ましくは $0.01 \sim 1.0 \mu\text{m}$ の範囲が適当である。平均粒径が $1.0 \mu\text{m}$ を超えると、トナーの粒度分布が広がり過ぎ、遊離粒子が発生し、性能や信頼性の低下を招き易くなる。平均粒径が前記範囲内にあると前記欠点がない上、トナー間の偏在が減少し、トナー中における分散が良好になり、性能や信頼性のパラツキが小さくなる点で有利である。なお、前記平均粒径は、例えばレーザ回折式粒度分布測定機や、遠心式粒度分布測定機などを用いて測定することができる。

【0043】樹脂粒子分散液、着色剤分散液及び難型剤分散液を混合するときに、着色剤の含有量は50重量%以下が適当であり、好ましくは2～40重量%の範囲が適当である。また、難型剤の含有量は50重量%以下、好ましくは2～40重量%の範囲が適当である。さらに、その他の成分の含有量は、本発明の目的を阻害しない程度であればよく、一般的には極少量であり、具体的には0.01～5重量%の範囲、好ましくは0.5～2重量%の範囲が適当である。

【0044】樹脂粒子分散液、着色剤分散液、難型剤分散液、及びその他の成分粒子の分散液の分散媒としては、例えば水系媒体などが挙げられる。水系媒体としては、例えば、蒸留水、イオン交換水等の水、アルコールなどが挙げられる。これらは、単独で使用してもよいし、2種以上を併用してもよい。

【0045】また、前記水系媒体には、界面活性剤を添加混合して使用することが好ましい。この界面活性剤は、前記の粒子の分散安定性、さらには分散液の保存性を確保する上で有利である。そして、凝集工程における凝集粒子の安定性にも有効である。前記界面活性剤としては、例えば、硫酸エステル塩系、スルホン酸塩系、リン酸エステル系、セッケン系等のアニオン系界面活性剤；アミン塩型、4級アミンモノ塩型等のカチオン系界面活性剤；ポリエチレングリコール系、アルキルフェノールエチレンオキサライド付加物系、多価アルコール系等の非イオン系界面活性剤などが挙げられる。これらの中でもイオン性界面活性剤が好ましく、アニオン系界面活性剤、カチオン系界面活性剤がよく好ましい。非イオン系界面活性剤は、アニオン系界面活性剤やカチオン系界面活性剤と併用することが好ましい。前記界面活性剤は単

50



(9)

15

【0062】静電潜像形成工程は静電潜像担体上に静電潜像を形成する工程であり、トナー画像形成工程は現像剤担体上の現像剤層により前記静電潜像を現像してトナー画像を形成する工程である。現像剤層は本発明にかかるとナーを含んでいれば特に制限はない。転写工程はトナー画像を転写体上に転写する工程であり、クーリーニング工程は静電潜像担体上に残留する静電荷現像剤を除去する工程である。

【0063】画像形成工程における定着時の定着温度は80〜200℃の範囲が望ましい。低すぎるとトナーが十分に溶けず、良好な定着画像を得ることができない。また、高すぎるとトナーロールへのオフセットなどの問題が生じる。

【0064】

【実施例】以下、実施例により本発明をより詳しく説明するが、本発明はこれらの実施例により制限されるものではない。なお、以下において、「部」は重量部を意味する。なお、トナーを溶融定着した透明フィルムの光沢度は、村上色材社製、グロスメーターを用いて測定した。トナーの平均粒径及び平均体積粒子分布GSD<sub>v</sub> \*20

—樹脂粒子分散液(1)の調製—

スチレン 350部  
アクリル酸ブチル 50部  
アクリル酸 8部  
四臭化炭素 4部

(いずれも、和光純薬社製)

架橋剤 (新中村化学製; NKエステル) 2部

$H_2C=CR-CO-O-(CH_2)_9-OCH_2-C$  ※置換を行なった後、前記プラスチック内を攪拌しながら内容物が70℃になるまでオイルバスで加熱し、6時間そのまま乳化成重を継続した。その後、この反応液を室温で冷却し、樹脂粒子分散液を調製した。次いで、この樹脂粒子分散液の一部を80℃のオーブン上に放置して水を除去し、残留物の特性を測定したところ、樹脂粒子の平均粒径は150nm、ガラス転移点が57℃、重量平均分子量が45,000であった。

【0067】

—樹脂粒子分散液(2)の調製—

スチレン 350部  
アクリル酸ブチル 50部  
アクリル酸 8部  
四臭化炭素 4部

(いずれも、和光純薬社製)

架橋剤 (新中村化学製; NKエステル) 10部

$H_2C=CR-CO-O-(CH_2)_9-OCH_2-C$  ※置換を行なった後、前記プラスチック内を攪拌しながら内容物が70℃になるまでオイルバスで加熱し、6時間そのまま乳化成重を継続した。その後、この反応液を室温で冷却し、樹脂粒子分散液を調製した。次いで、この樹脂粒子分散液の一部を80℃のオーブン上に放置して水を除去し、残留物の特性を測定したところ、樹脂粒子の平均粒径は140nm、ガラス転移点が57℃、重量平均分子量が43,000であった。

【0069】

—着色剤分散液(1)の調製—

フタロシアニン顔料 70部

(大日精化社製、PVFASTBLUE)

アニオン界面活性剤 3部

(和光純薬社製)

ビス (ジメチルパロイロホスフェート) オキシセアートタタネート 3部

(信越化学社製)

イオン交換水 300部

前記成分を混合溶解し、ホモジナイザー (IKA社製、★0nmであるシアン着色剤分散液(1)を調製した。

ウルトラタラックス)を用いて分散し、平均粒径が16★【0070】

—着色剤分散液(2)の調製—

マゼンタ顔料 70部

(大日精化社製、キナクリンドR122)

アニオン界面活性剤 3部

(和光純薬社製)

イオン交換水 300部

前記成分を混合溶解し、ホモジナイザー (IKA社製、☆0nmであるシアン着色剤分散液(2)を調製した。

ウルトラタラックス)を用いて分散し、平均粒径が16☆【0071】

—着色剤分散液(3)の調製—

イエロー顔料 70部

(大日精化社製、クロモファインイエローPY93)

アニオン界面活性剤 3部

(和光純薬社製)

イオン交換水 300部

前記成分を混合溶解し、ホモジナイザー (IKA社製、◆0nmであるシアン着色剤分散液(3)を調製した。

ウルトラタラックス)を用いて分散し、平均粒径が16◆【0072】

—樹脂粒子分散液の調製—

パラフィンワックス 100部

(日本精練社製、HNPO190、融点90℃)

アニオン界面活性剤 3.5部

(ライオン社製、リパール860K)

イオン交換水 500部

前記成分を混合溶解し、ホモジナイザー (ライオン社製、リパール860K)を用いて分散し、平均粒径が16◆【0073】

—樹脂粒子分散液の調製—

パラフィンワックス 100部

(日本精練社製、HNPO190、融点90℃)

アニオン界面活性剤 3.5部

(ライオン社製、リパール860K)

イオン交換水 500部

前記成分を混合溶解し、ホモジナイザー (ライオン社製、リパール860K)を用いて分散し、平均粒径が16◆【0073】

—樹脂粒子分散液の調製—

パラフィンワックス 100部

(日本精練社製、HNPO190、融点90℃)

アニオン界面活性剤 3.5部

(ライオン社製、リパール860K)

イオン交換水 500部

前記成分を混合溶解し、ホモジナイザー (ライオン社製、リパール860K)を用いて分散し、平均粒径が16◆【0073】

—樹脂粒子分散液の調製—

パラフィンワックス 100部

(日本精練社製、HNPO190、融点90℃)

アニオン界面活性剤 3.5部

(ライオン社製、リパール860K)

イオン交換水 500部

前記成分を混合溶解し、ホモジナイザー (ライオン社製、リパール860K)を用いて分散し、平均粒径が16◆【0073】

—樹脂粒子分散液の調製—

パラフィンワックス 100部

(日本精練社製、HNPO190、融点90℃)

アニオン界面活性剤 3.5部

(ライオン社製、リパール860K)

イオン交換水 500部

前記成分を混合溶解し、ホモジナイザー (ライオン社製、リパール860K)を用いて分散し、平均粒径が16◆【0073】

—樹脂粒子分散液の調製—

パラフィンワックス 100部

(日本精練社製、HNPO190、融点90℃)

アニオン界面活性剤 3.5部

(ライオン社製、リパール860K)

イオン交換水 500部

前記成分を混合溶解し、ホモジナイザー (ライオン社製、リパール860K)を用いて分散し、平均粒径が16◆【0073】

—樹脂粒子分散液の調製—

パラフィンワックス 100部

(日本精練社製、HNPO190、融点90℃)

アニオン界面活性剤 3.5部

(ライオン社製、リパール860K)

イオン交換水 500部

前記成分を混合溶解し、ホモジナイザー (ライオン社製、リパール860K)を用いて分散し、平均粒径が16◆【0073】

—樹脂粒子分散液の調製—

パラフィンワックス 100部

(日本精練社製、HNPO190、融点90℃)

アニオン界面活性剤 3.5部

(ライオン社製、リパール860K)

イオン交換水 500部

前記成分を混合溶解し、ホモジナイザー (ライオン社製、リパール860K)を用いて分散し、平均粒径が16◆【0073】

—樹脂粒子分散液の調製—

パラフィンワックス 100部

(日本精練社製、HNPO190、融点90℃)

アニオン界面活性剤 3.5部

(ライオン社製、リパール860K)

イオン交換水 500部

前記成分を混合溶解し、ホモジナイザー (ライオン社製、リパール860K)を用いて分散し、平均粒径が16◆【0073】

—樹脂粒子分散液の調製—

パラフィンワックス 100部

(日本精練社製、HNPO190、融点90℃)

アニオン界面活性剤 3.5部

(ライオン社製、リパール860K)

イオン交換水 500部

前記成分を混合溶解し、ホモジナイザー (ライオン社製、リパール860K)を用いて分散し、平均粒径が16◆【0073】

—樹脂粒子分散液の調製—

パラフィンワックス 100部

(日本精練社製、HNPO190、融点90℃)

アニオン界面活性剤 3.5部

(ライオン社製、リパール860K)

イオン交換水 500部

前記成分を混合溶解し、ホモジナイザー (ライオン社製、リパール860K)を用いて分散し、平均粒径が16◆【0073】

—樹脂粒子分散液の調製—

パラフィンワックス 100部

(日本精練社製、HNPO190、融点90℃)

アニオン界面活性剤 3.5部

(ライオン社製、リパール860K)

イオン交換水 500部

前記成分を混合溶解し、ホモジナイザー (ライオン社製、リパール860K)を用いて分散し、平均粒径が16◆【0073】

—樹脂粒子分散液の調製—

パラフィンワックス 100部

(日本精練社製、HNPO190、融点90℃)

アニオン界面活性剤 3.5部

(ライオン社製、リパール860K)

イオン交換水 500部

前記成分を混合溶解し、ホモジナイザー (ライオン社製、リパール860K)を用いて分散し、平均粒径が16◆【0073】

—樹脂粒子分散液の調製—

パラフィンワックス 100部

(日本精練社製、HNPO190、融点90℃)

アニオン界面活性剤 3.5部

(ライオン社製、リパール860K)

イオン交換水 500部

前記成分を混合溶解し、ホモジナイザー (ライオン社製、リパール860K)を用いて分散し、平均粒径が16◆【0073】

—樹脂粒子分散液の調製—

パラフィンワックス 100部

(日本精練社製、HNPO190、融点90℃)

アニオン界面活性剤 3.5部

(ライオン社製、リパール860K)

イオン交換水 500部

前記成分を混合溶解し、ホモジナイザー (ライオン社製、リパール860K)を用いて分散し、平均粒径が16◆【0073】

—樹脂粒子分散液の調製—

パラフィンワックス 100部

(日本精練社製、HNPO190、融点90℃)

アニオン界面活性剤 3.5部

(ライオン社製、リパール860K)

イオン交換水 500部

前記成分を混合溶解し、ホモジナイザー (ライオン社製、リパール860K)を用いて分散し、平均粒径が16◆【0073】

—樹脂粒子分散液の調製—

パラフィンワックス 100部

(日本精練社製、HNPO190、融点90℃)

アニオン界面活性剤 3.5部

(ライオン社製、リパール860K)

イオン交換水 500部

前記成分を混合溶解し、ホモジナイザー (ライオン社製、リパール860K)を用いて分散し、平均粒径が16◆【0073】

—樹脂粒子分散液の調製—

パラフィンワックス 100部

(日本精練社製、HNPO190、融点90℃)

アニオン界面活性剤 3.5部

(ライオン社製、リパール860K)

イオン交換水 500部

前記成分を混合溶解し、ホモジナイザー (ライオン社製、リパール860K)を用いて分散し、平均粒径が16◆【0073】

—樹脂粒子分散液の調製—

パラフィンワックス 100部

(日本精練社製、HNPO190、融点90℃)

アニオン界面活性剤 3.5部

(ライオン社製、リパール860K)

イオン交換水 500部

前記成分を混合溶解し、ホモジナイザー (ライオン社製、リパール860K)を用いて分散し、平均粒径が16◆【0073】

—樹脂粒子分散液の調製—

パラフィンワックス 100部

(日本精練社製、HNPO190、融点90℃)

アニオン界面活性剤 3.5部

(ライオン社製、リパール860K)

イオン交換水 500部

前記成分を混合溶解し、ホモジナイザー (ライオン社製、リパール860K)を用いて分散し、平均粒径が16◆【0073】

—樹脂粒子分散液の調製—

パラフィンワックス 100部

(日本精練社製、HNPO190、融点90℃)

アニオン界面活性剤 3.5部

(ライオン社製、リパール860K)

イオン交換水 500部

前記成分を混合溶解し、ホモジナイザー (ライオン社製、リパール860K)を用いて分散し、平均粒径が16◆【0073】

—樹脂粒子分散液の調製—

パラフィンワックス 100部

(日本精練社製、HNPO190、融点90℃)

アニオン界面活性剤 3.5部

(ライオン社製、リパール860K)

イオン交換水 500部

前記成分を混合溶解し、ホモジナイザー (ライオン社製、リパール860K)を用いて分散し、平均粒径が16◆【0073】

—樹脂粒子分散液の調製—

パラフィンワックス 100部

(日本精練社製、HNPO190、融点90℃)

アニオン界面活性剤 3.5部

(ライオン社製、リパール860K)

イオン交換水 500部

前記成分を混合溶解し、ホモジナイザー (ライオン社製、リパール860K)を用いて分散し、平均粒径が16◆【0073】

—樹脂粒子分散液の調製—

パラフィンワックス 100部

(日本精練社製、HNPO190、融点90℃)

アニオン界面活性剤 3.5部

(ライオン社製、リパール860K)

イオン交換水 500部

前記成分を混合溶解し、ホモジナイザー (ライオン社製、リパール860K)を用いて分散し、平均粒径が16◆【0073】

—樹脂粒子分散液の調製—

パラフィンワックス 100部

(日本精練社製、HNPO190、融点90℃)

アニオン界面活性剤 3.5部

(ライオン社製、リパール860K)

イオン交換水 500部

前記成分を混合溶解し、ホモジナイザー (ライオン社製、リパール860K)を用いて分散し、平均粒径が16◆【0073】

—樹脂粒子分散液の調製—

パラフィンワックス 100部

(日本精練社製、HNPO190、融点90℃)

(11)

19

前記成分を混合溶解し、ホモジナイザー（IKA社製、ウルトラタックス）を用いて分散した後、圧力出型ホモジナイザーで分散処理し、平均粒径が180nmで\*

〔実施例1〕

(凝集粒子分散液の調製)

樹脂粒子分散液(1)	300部
着色剤分散液(1)	15部
難型剤粒子分散液	25部
塩化亜鉛	1部
イオン交換水	500部

前記成分を九型ステンレス製フラスコ中に収容し、ホモジナイザー（IKA社製、ウルトラタックスT50）を用いて分散させた後、加熱用オイルバス中で55℃で攪拌しながら加熱した。55℃で30分間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約4.8μmの凝集粒子が形成されていることが確認された。

【0074】（付着粒子分散液の調製）この凝集粒子分散液中に、樹脂粒子分散液(1)を穏やかに70部追加し、さらに加熱用オイルバスの温度を上げて56℃で1時間保持した。光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5.4μmの付着粒子が形成されていることが確認された。

【0075】（付着粒子の融合）前記付着粒子分散液の56℃におけるpHを測定したところ2.5であった。この分散液に1NのNaOH水溶液を添加して56℃におけるpHを6.5に調整し、付着粒子を安定化させた後、攪拌を継続しながら95℃まで加熱し、その後6時間保持して付着粒子を融合させた。反応生成物をろ過し、イオン交換水で十分に洗浄した後、真空乾燥機で乾燥してトナー粒子を得た。

【0076】（トナー粒子の評価）得られたトナー粒子の平均粒径は5.4μm、GSD $\nu$ は1.23であった。このトナー粒子100部に対して、コロイダルシリカ（日本アエロジル社製、R972）1部を外添し、ヘンシェルミキサーを用いて混合することにより、静電荷※

〔実施例2〕

(凝集粒子分散液の調製)

樹脂粒子分散液(1)	300部
着色剤分散液(2)	15部
難型剤粒子分散液	25部
塩化亜鉛	1部
イオン交換水	500部

し、さらに加熱用オイルバスの温度を上げて56℃で2時間保持した。光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5.7μmの付着粒子が形成されていることが確認された。

【0081】（付着粒子の融合）前記付着粒子分散液の56℃におけるpHを測定したところ3.0であった。この分散液に1NのNaOH水溶液を添加して56℃におけるpHを8.0に調整し、付着粒子を安定化させた

20

\*ある難型剤粒子分散液を調製した。

【0073】

樹脂粒子分散液(1)	300部
着色剤分散液(1)	15部
難型剤粒子分散液	25部
塩化亜鉛	1部
イオン交換水	500部

※像現像用トナーを得た。得られたトナー架橋密度を、動的粘弾性の温度分散測定法で測定したところ、6.5×10<sup>-7</sup>/Kmolであった。透過型電子顕微鏡（TEM）でトナー粒子の断面を観察したところ、顔料粒子の平均粒径は300nmであった。

【0077】（静電荷像現像剤の作製）フェライト粒子（バウダーテック社製、平均粒径50μm）100部とメタクリレート樹脂（三菱レイヨン社製、分子量95,000）1.5部とを、トルエン50部と共に加圧式、ニーダーに入れ、常温で15分間攪拌混合した後、減圧混合しながら加熱した。55℃で30分間保持した後、冷却し、105μmの篩を用いて分級して樹脂被覆

キャリアを作製した。この樹脂被覆キャリアと前記トナーを混合し、トナー濃度が7重量%である二成分系の静電荷像現像剤を作製した。

【0078】（画像評価）この静電荷像現像剤を用いて、重量平均分子量5万のストレッチン・メタクリル酸メチル共重合体の厚さ0.2μmの樹脂層を備えたポリエチレンテフタレートからなる透明フィルム上に画像形成

を行い、画質の評価を行ったところ、表面光沢、平滑性、発色性、混色性、透明性は良好で、光沢度Gsは90%であった。また、ホットオフセット性も良好であった。

【0079】

前記成分を九型ステンレス製フラスコ中に収容し、ホモジナイザー（IKA社製、ウルトラタックスT50）を用いて分散させた後、加熱用オイルバス中で55℃で攪拌しながら加熱した。55℃で30分間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5.2μmの凝集粒子が形成されていることが確認された。

【0080】（付着粒子分散液の調製）この凝集粒子分散液中に、樹脂粒子分散液(1)を穏やかに150部追加し、さらに加熱用オイルバスの温度を上げて56℃で2時間保持した。光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5.7μmの付着粒子が形成されていることが確認された。

【0081】（付着粒子の融合）前記付着粒子分散液の56℃におけるpHを測定したところ3.0であった。この分散液に1NのNaOH水溶液を添加して56℃におけるpHを8.0に調整し、付着粒子を安定化させた

後、攪拌を継続しながら93℃まで加熱し、その後7時間保持して付着粒子を融合させた。反応生成物をろ過し、イオン交換水で十分に洗浄した後、真空乾燥機で乾燥してトナー粒子を得た。

【0088】（トナー粒子の評価）得られたトナー粒子の平均粒径は5.1μm、GSD $\nu$ は1.19であった。このトナー粒子100部に対して、コロイダルシリカ（日本アエロジル社製、R972）1部を外添し、ヘンシェルミキサーを用いて混合することにより、静電荷※

前記成分を九型ステンレス製フラスコ中に収容し、ホモジナイザー（IKA社製、ウルトラタックスT50）を用いて分散させた後、加熱用オイルバス中で55℃で攪拌しながら加熱した。55℃で30分間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5.2μmの凝集粒子が形成されていることが確認された。

【0080】（付着粒子分散液の調製）この凝集粒子分散液中に、樹脂粒子分散液(1)を穏やかに150部追加し、さらに加熱用オイルバスの温度を上げて56℃で2時間保持した。光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5.7μmの付着粒子が形成されていることが確認された。

【0081】（付着粒子の融合）前記付着粒子分散液の56℃におけるpHを測定したところ3.0であった。この分散液に1NのNaOH水溶液を添加して56℃におけるpHを8.0に調整し、付着粒子を安定化させた

(12)

21

後、攪拌を継続しながら93℃まで加熱し、その後5時間保持して付着粒子を融合させた。反応生成物をろ過し、イオン交換水で十分に洗浄した後、真空乾燥機で乾燥してトナー粒子を得た。

【0082】（トナー粒子の評価）得られたトナー粒子の平均粒径は5.6μm、GSD $\nu$ は1.21であった。このトナー粒子100部に対して、コロイダルシリカ（日本アエロジル社製、R972）1部を外添し、ヘンシェルミキサーを用いて混合することにより、静電荷

像現像用トナーを得た。得られたトナー架橋密度を、動的粘弾性の温度分散測定法で測定したところ、6.0×10<sup>-7</sup>/Kmolであった。透過型電子顕微鏡（TEM）でトナー粒子の断面を観察したところ、顔料粒子の平均粒径は280nmであった。

【0083】（静電荷像現像剤の作製）フェライト粒子（バウダーテック社製、平均粒径50μm）100部とメタクリレート樹脂（三菱レイヨン社製、分子量95,000）1.5部とを、トルエン50部と共に加圧式、ニーダーに入れ、常温で15分間攪拌混合した後、減圧混合しながら加熱した。55℃で30分間保持した後、冷却し、105μmの篩を用いて分級して樹脂被覆

キャリアを作製した。この樹脂被覆キャリアと前記トナーを混合し、トナー濃度が7重量%である二成分系の静電荷像現像剤を作製した。

【0085】

〔実施例3〕

(凝集粒子分散液の調製)

樹脂粒子分散液(1)	300部
着色剤分散液(3)	15部
難型剤分散液	25部
ポリ水酸化アルミニウム	1部
イオン交換水	500部

前記成分を九型ステンレス製フラスコ中に収容し、ホモジナイザー（IKA社製、ウルトラタックスT50）を用いて分散させた後、加熱用オイルバス中で55℃で攪拌しながら加熱した。55℃で30分間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5.9μmの凝集粒子が形成されていることが確認された。

【0086】（付着粒子分散液の調製）この凝集粒子分散液中に、樹脂粒子分散液(1)を穏やかに50部追加し、さらに加熱用オイルバスの温度を上げて56℃で2時間保持した。光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約6.1μmの付着粒子が形成されていることが確認された。

【0087】（付着粒子の融合）前記付着粒子分散液の56℃におけるpHを測定したところ2.7であった。この分散液に1NのNaOH水溶液を添加して56℃におけるpHを8.0に調整し、付着粒子を安定化させた

後、攪拌を継続しながら93℃まで加熱し、その後7時間保持して付着粒子を融合させた。反応生成物をろ過し、イオン交換水で十分に洗浄した後、真空乾燥機で乾燥してトナー粒子を得た。

【0088】（トナー粒子の評価）得られたトナー粒子の平均粒径は5.1μm、GSD $\nu$ は1.19であった。このトナー粒子100部に対して、コロイダルシリカ（日本アエロジル社製、R972）1部を外添し、ヘンシェルミキサーを用いて混合することにより、静電荷※

前記成分を九型ステンレス製フラスコ中に収容し、ホモジナイザー（IKA社製、ウルトラタックスT50）を用いて分散させた後、加熱用オイルバス中で55℃で攪拌しながら加熱した。55℃で30分間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5.2μmの凝集粒子が形成されていることが確認された。

【0080】（付着粒子分散液の調製）この凝集粒子分散液中に、樹脂粒子分散液(1)を穏やかに150部追加し、さらに加熱用オイルバスの温度を上げて56℃で2時間保持した。光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5.7μmの付着粒子が形成されていることが確認された。

【0081】（付着粒子の融合）前記付着粒子分散液の56℃におけるpHを測定したところ3.0であった。この分散液に1NのNaOH水溶液を添加して56℃におけるpHを8.0に調整し、付着粒子を安定化させた

後、攪拌を継続しながら93℃まで加熱し、その後7時間保持して付着粒子を融合させた。反応生成物をろ過し、イオン交換水で十分に洗浄した後、真空乾燥機で乾燥してトナー粒子を得た。

【0088】（トナー粒子の評価）得られたトナー粒子の平均粒径は5.1μm、GSD $\nu$ は1.19であった。このトナー粒子100部に対して、コロイダルシリカ（日本アエロジル社製、R972）1部を外添し、ヘンシェルミキサーを用いて混合することにより、静電荷※

22

\*000）1.5部とを、トルエン500部と共に加圧式ニーダーに入れ、常温で15分間攪拌混合した後、減圧混合しながら70℃まで昇温してトルエンを留去した後、冷却し、105μmの篩を用いて分級して樹脂被覆キャリアを作製した。この樹脂被覆キャリアと前記トナーを混合し、トナー濃度が7重量%である二成分系の静電荷像現像剤を作製した。

【0084】（画像評価）この静電荷像現像剤を用いて、重量平均分子量5万のストレッチン・メタクリル酸メチル共重合体の厚さ0.2μmの樹脂層を備えたポリエチレンテフタレートからなる透明フィルム上に画像形成

を行い、画質の評価を行ったところ、表面光沢、平滑性、発色性、混色性、透明性は良好で、光沢度Gsは95%であった。また、ホットオフセット性も良好であった。

【0085】

〔実施例3〕

(凝集粒子分散液の調製)

樹脂粒子分散液(1)	300部
着色剤分散液(3)	15部
難型剤分散液	25部
ポリ水酸化アルミニウム	1部
イオン交換水	500部

前記成分を九型ステンレス製フラスコ中に収容し、ホモジナイザー（IKA社製、ウルトラタックスT50）を用いて分散させた後、加熱用オイルバス中で55℃で攪拌しながら加熱した。55℃で30分間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5.9μmの凝集粒子が形成されていることが確認された。

【0089】（静電荷像現像剤の作製）フェライト粒子（バウダーテック社製、平均粒径50μm）100部とメタクリレート樹脂（三菱レイヨン社製、分子量95,000）1.5部とを、トルエン500部と共に加圧式、ニーダーに入れ、常温で15分間攪拌混合した後、減圧混合しながら70℃まで昇温してトルエンを留去した

後、冷却し、105μmの篩を用いて分級して樹脂被覆キャリアを作製した。この樹脂被覆キャリアと前記トナーを混合し、トナー濃度が7重量%である二成分系の静電荷像現像剤を作製した。

【0090】（画像評価）この静電荷像現像剤を用いて、重量平均分子量5万のストレッチン・メタクリル酸メチル共重合体の厚さ0.2μmの樹脂層を備えたポリエチレンテフタレートからなる透明フィルム上に画像形成

を行い、画質の評価を行ったところ、表面光沢、平滑性、発色性、混色性、透明性は良好で、光沢度Gsは83%であった。また、ホットオフセット性も良好であった。

【0091】

前記成分を九型ステンレス製フラスコ中に収容し、ホモジナイザー（IKA社製、ウルトラタックスT50）を用いて分散させた後、加熱用オイルバス中で55℃で攪拌しながら加熱した。55℃で30分間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5.2μmの凝集粒子が形成されていることが確認された。

【0080】（付着粒子分散液の調製）この凝集粒子分散液中に、樹脂粒子分散液(1)を穏やかに150部追加し、さらに加熱用オイルバスの温度を上げて56℃で2時間保持した。光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5.7μmの付着粒子が形成されていることが確認された。

【0081】（付着粒子の融合）前記付着粒子分散液の56℃におけるpHを測定したところ3.0であった。この分散液に1NのNaOH水溶液を添加して56℃におけるpHを8.0に調整し、付着粒子を安定化させた

後、攪拌を継続しながら93℃まで加熱し、その後7時間保持して付着粒子を融合させた。反応生成物をろ過し、イオン交換水で十分に洗浄した後、真空乾燥機で乾燥してトナー粒子を得た。

【0088】（トナー粒子の評価）得られたトナー粒子の平均粒径は5.1μm、GSD $\nu$ は1.19であった。このトナー粒子100部に対して、コロイダルシリカ（日本アエロジル社製、R972）1部を外添し、ヘンシェルミキサーを用いて混合することにより、静電荷※





